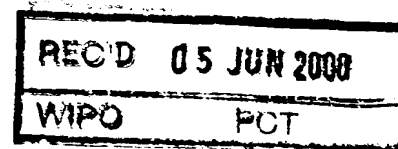


EP 00/02349



EPO - Munich  
20  
17. Mai 2000



## Bescheinigung

E 54

Die Freiburger Compound Materials GmbH in Freiberg, Sachs/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen"

am 19. März 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig das Symbol C 30 B 11/00 der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 4. Mai 2000

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

Aktenzeichen: 199 12 484.1

Faust

## PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

HF 8-13241.2  
P/DH/ol/mü

Freiberger Compound Materials GmbH, Freiberg, Deutschland

---

Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen

---

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen. Insbesondere betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen verschiedener Materialien, beispielsweise III-V-Materialien, beispielsweise von Galliumarsenid-Einkristallen.

Bekannte Vorrichtungen zur Herstellung von Einkristallen unterschiedlicher Materialien, beispielsweise III-V-Materialien, beispielsweise von Galliumarsenid, bestehen im allgemeinen aus Vielzonenöfen, wie sie zum Beispiel in der DE-OS-38 39 97, sowie in den US-Patentschriften US 4,086,424, US 4,423,516 und US 4,518,351 beschrieben sind.

Diese Vielzonenöfen können sowohl aus metallischen Heizleitern, als auch aus kohlenstoffhaltigen Heizleitern bestehen. Die sogenannten Mehrzonenrohröfen gestatten einen variablen Aufbau eines zur Kristallzüchtung geeigneten Temperaturfeldes und dessen Verschiebung entlang der Rotationsachse des Ofens.

Derartige Vorrichtungen sind jedoch sowohl durch einen axialen als auch durch einen radialen Wärmefluß gekennzeichnet, was zu einer variablen Wachstumsgeschwindigkeit und einer ungünstigen Ausbildung der Phasengrenzfläche Schmelze-Kristall führen kann.

Desweiteren sind Mehr- bzw. Vielzonenöfen aus einer Vielzahl thermischer Bauelemente zusammengesetzt, was bei Wartungsarbeiten einen hohen Demontage- und Montageaufwand erfordert. Mit steigender Zonenzahl erhöht sich auch der Automatisierungsaufwand und die Störungsanfälligkeit der Mehrzonenöfen.

Insbesondere für die Herstellung von Einkristallen mit einem großen Durchmesser, beispielsweise 2", 3", 100 mm, 125 mm, 150 mm, 200 mm und größer, besteht das Problem, daß ein radialer Wärmefluß im Kristall eine Auswirkung auf die Isothermen, d.h. auf die Phasengrenze Schmelze-Einkristall in vertikaler bzw. axialer Richtung hat.

Aufgabe der Erfindung ist es, eine Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen, insbesondere von Einkristallen unterschiedlicher III-V-Materialien, beispielsweise von Galliumarsenid, bereitzustellen, bei der eine fast ausschließlich axiale Wärmeführung gewährleistet ist.

Die Aufgabe wird gelöst durch eine Vorrichtung nach Anspruch 1.

Weiterbildungen sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die Vorrichtung hat den Vorteil, daß ein homogener axialer Wärmefluß gewährleistet ist und daß in radialer Richtung nahezu keine Wärme abfließen kann, d.h. einer radial homogenen Temperatur an der oberen und unteren Heizplatte und den dazwischenliegenden Schnitten.

Weitere Merkmale und Zweckmäßigkeiten ergeben sich aus der Beschreibung eines Ausführungsbeispiels anhand der Figur 1.

Die Figur zeigt eine schematische Querschnittsansicht der erfindungsgemäßen Vorrichtung mit einer sich vertikal erstreckenden Rotationsachse M.

Die Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen weist einen zylinderförmigen Ofen 1 mit einer unteren Heizplatte als Bodenheizer 2 und einer oberen Heizplatte als Deckelheizer 3 auf. Die hochwärmeleitfähigen Heizplatten (z.B. CFC) haben einen kreisförmigen Querschnitt. Der Durchmesser des Bodenheizers 2 und des Deckelheizers 3 beträgt wenigstens das 1,5- bis 2-fache des Durchmessers des herzustellenden Einkristalles, so daß keine radialen Wärmeflüsse im System auftreten, die unter anderen durch die nichtrotationssymmetrischen Einflüsse der Stromzuführung verursacht sind. Der Abstand zwischen Bodenheizer 2 und Deckelheizer 3 ist so bemessen, daß ein Tiegel 4 für die Kristallzüchtung dazwischen angeordnet werden kann.

Es ist eine nicht dargestellte Steuer- und Regeleinrichtung vorgesehen, mit der der Bodenheizer 2 und der Deckelheizer 3 derart angesteuert werden können, daß der Deckelheizer 3 auf einer in etwa der Schmelztemperatur des zu verarbeitenden Rohmaterials gehalten werden kann und der Bodenheizer 2 auf einer geringeren Temperatur gehalten werden kann. Die Steuerung ist ferner so ausgebildet, daß die Temperatur des Bodenheizers 2 im Vergleich zur Temperatur des Deckelheizers während des Züchtungsprozesses kontinuierlich abgesenkt werden kann, damit die Schmelze von Rohmaterial in dem Tiegel 4 kontinuierlich von unten nach oben erstarren kann.

Der zylindrische Ofen 1 weist ferner eine Mantelheizung 5 auf, die beispielsweise in der zylindrischen Begrenzungswand des Ofens ausgebildet ist. Es ist eine Steuer- und Regeleinrichtung, vorgesehen, die derart ausgebildet ist, daß die Mantelheizung 5 auf einer Temperatur in der Nähe des Schmelzpunktes

des in den Tiegel eingefüllten Rohmaterialies gehalten werden kann.

Zum Verhindern eines Wärmeflusses in radialer Richtung weist der Ofen 1 ferner einen rotationssymmetrisch ausgebildeten Isolator 6 aus wärmeisolierendem Material, auf. Der Isolator 6 ist als ein kegelstumpfförmiger Körper ausgebildet mit einem koaxialen, oben und unten offenen zylindrischen Innenraum. Die Außenwand 7 des Isolators 6 hat somit die Form eines Kegelstumpfes und die Innenwand 8 die eines Zylinders. Der Isolator 6 ist in dem Ofen so angeordnet, daß sein jüngeres Ende 8 dem Bodenheizer 2 und das dem jüngeren Ende gegenüberliegende Ende dem Deckelheizer 3 zugewandt ist. Der Innendurchmesser des Isolators ist größer, als der Durchmesser des einzusetzenden Tiegels 4. Der Isolator ist bevorzugt aus Graphit gebildet. Durch die hohlkegelstumpfförmige Ausbildung des Wärmeübertragungsprofiles 6 ergibt sich ein freier Strahlungsraum 9 zwischen dem Wärmeübertragungsprofil und dem Mantelheizer 5, der zum azimuthalen Ausgleich der Temperatur über den Hauptheizer beiträgt.

Durch die oben beschriebene Ausbildung und Anordnung des Isolators 6 in dem Ofen 1 wird eine von dem Deckelheizer 3 zu dem Bodenheizer 2 abnehmende Wärmeisolation in radialer Richtung zwischen einer in dem Tiegel 4 vorhandenen Schmelze von Rohmaterial und der Mantelheizung 5 bewirkt.

Im Betrieb wird zunächst der Tiegel 4, der den Kristallkeim enthält, in den Ofen eingesetzt. Dann wird Boroxid  $B_2O_3$  und polykristallines Galliumarsenid zugegeben. Dann wird der Mantelheizer 5 derart angesteuert, daß er auf eine Temperatur gebracht wird, die ausreicht, um den Reaktionsraum bis auf die Arbeitstemperatur zu erhitzen und das feste Vorlaufmaterial aufzuschmelzen. Das eingefüllte polykristalline Galliumarsenid wird aufgeschmolzen, so daß es eine Galliumarsenidschmelze 10 bildet und von einer Abdeckschmelze 11 aus geschmolzenem  $B_2O_3$

abgedeckt, damit eine Berührung des Galliumarsenids mit der Tiegelinnenwand vermieden wird.

Der Züchtungsprozeß wird dann wie folgt durchgeführt. Der Deckelheizer 3 wird auf eine Temperatur von ca. 1300°C gebracht und der Bodenheizer 2 wird auf eine Temperatur von ca. 1200°C gebracht. Zwischen Deckelheizer 3 und Bodenheizer 2 bildet sich ein Temperaturgradient, der nahezu dem Temperaturgradienten, der zwischen zwei unendlich ausgebildeten parallelen ebenen Platten gegeben ist, aus. Dann wird die Temperatur des Bodenheizers kontinuierlich abgesenkt, so daß die Schmelze 11 in dem Tiegel 4 gleichmäßig von unten nach oben auskristallisiert. Durch Steuerung und/oder Regelung der Temperatur des Bodenheizers 2 relativ zu der Temperatur des Deckelheizers 3 ist es somit möglich, die Schmelzisotherme in ihrer vertikalen Position zwischen den beiden Heizern zu verschieben und daher die Kristallisation zu steuern. Der Mantelheizer muß über die Prozeßzeit geringfügig nachgeführt werden, um den idealen axialen Temperaturfluß aufrecht zu erhalten, da der Gesamtenergiehaushalt des Systems abgesenkt wird und damit die radialen Verluste, die über den Mantelheizer kompensiert werden, abnehmen.

Der Mantelheizer 5 dient zum Ausgleich von globalen Wärmeverlusten und zur Unterbindung eines radialen Wärmeflusses. Durch den Isolator 6 wird im Bereich des Deckelheizers 3 eine hohe Isolation in radialer Richtung und im Bereich des Bodenheizers 2 eine geringere Isolation in radialer Richtung erreicht. Dadurch wird ein axialer Wärmefluß parallel zu Rotationsachse des Ofens während des Kristallisationsprozesses gewährleistet.

Während des Kristallisationsprozesses und danach ist so die Isothermenausbildung im Reaktionsgefäß in jeder Form möglich. Die angestrebte Isothermenform kann durch den streng axialen Wärmefluß über die gesamte Höhe des Reaktionsraumes zwischen dem Deckelheizer 3 und dem Bodenheizer 2 verschoben werden.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ermöglicht die Herstellung von Einkristallen unterschiedlicher III-V-Materialien mit großen Durchmessern, wie beispielsweise Galliumarsenid mit einem Durchmesser von 2", 3", 100 mm, 125 mm, 150 mm, 200 mm und größer.

In Abhängigkeit von dem herzustellenden Einkristall, beispielsweise hinsichtlich seines Materials oder seines Durchmessers kann der Isolator 6 auch als Hohlzylinder ausgebildet sein. Ziel ist es lediglich einen streng axialen Wärmefluß zu gewährleisten und ein Abfließen der Wärme in radialer Richtung zu verhindern. Damit kann das Ziel erreicht werden, pro Zeiteinheit einen konstanten Kristallisationszuwachs zu erhalten.

In einer abgewandelten Form ist der Wärmeübertragungszyylinder 6 nicht hohlkegelstumpfförmig ausgebildet, sondern ist so ausgebildet, daß ein gewünschter axialer Isothermenverlauf erreicht wird. Eine beliebige Form ist dabei denkbar und wird anhand des gewünschten Isothermeverlaufes berechnet. Durch die Form des Materials und die Art des Materials lassen sich beliebige gewünschte Wärmeflüsse modellieren. Damit kann das Ziel erreicht werden, pro Zeiteinheit einen konstanten Kristallisationszuwachs zu erhalten.

## ZUSAMMENFASSUNG

Es wird eine Vorrichtung zur Herstellung von Einkristallen, beispielsweise von Galliumarsenid-Einkristallen mit großem Durchmesser bereitgestellt, die eine zylindrische Heizeinrichtung mit einer Bodenheizung (2) und einer Deckelheizung (3) und eine Mantelheizung (5) aufweist. Die Heizfläche des Boden- und des Deckelheizers sind wesentlich größer als die Querschnittsfläche des herzustellenden Einkristalls. Im Reaktionsraum ist ferner ein Isolator (6) vorgesehen, das so ausgebildet ist, daß ein radialer Wärmefluß unterbunden wird und ein streng axialer Wärmefluß über die gesamte Höhe des Reaktionsraumes zwischen dem Deckelheizer (3) und dem Bodenheizer (2) gewährleistet wird.

(Fig. 1)



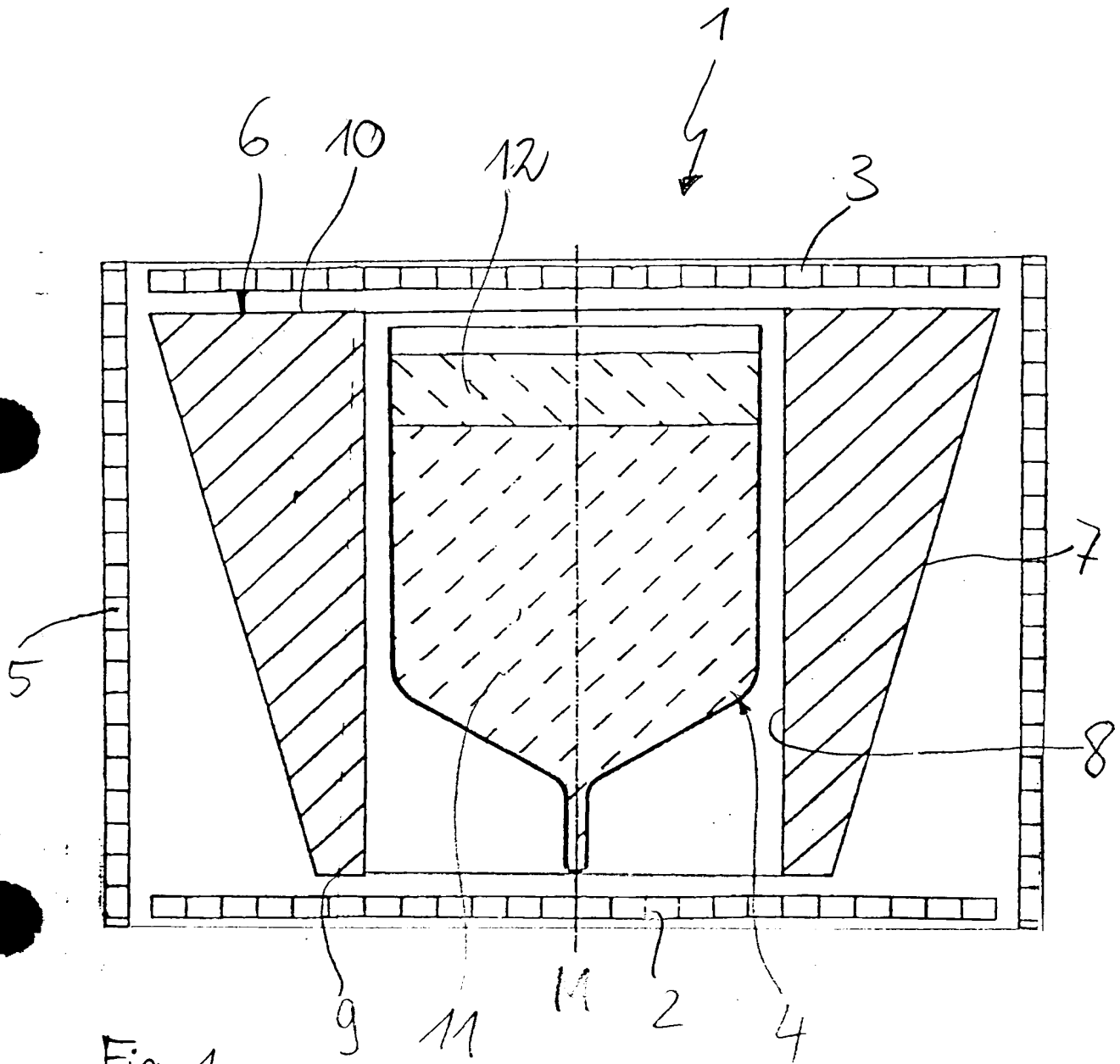


Fig. 1

